

TARTU ÜLIKOOL

Loodus-ja tehnoloogiateaduskond

Füüsika Instituut

Priidik Möls

Jääkpingete mõõtmise metoodika arendamine karastatud klaaside jaoks

Bakalaureusetöö materjaliteaduse erialal

Juhendaja:

Siim Hödemann

Tartu 2013

Sisukord

Sissejuhatus	3
1. Kirjanduse ülevaade	4
1.1 Jääkpingete jaotus termiliselt ja keemiliselt karastatud klaasplaatides	4
1.2 Võrdlus termiliselt karastatud klaasi ja keemiliselt karastatud klaasi vahel	5
1.3 Hajunud valguse meetod	5
1.5 Klaasi keemiline karastamine	9
1.6 Mikroanalüüs	10
1.7 Difusioon	11
1.8 K^+ - Na^+ ioon-vahetus protsess	12
1.9 Pingete arvutamine K^+ ionide kontsentratsiooni jaotusest pinnakihis	14
2. Katseseadmed ja katseobjektid	15
2.1 Berekompensaator ja polarisatsioonmikroskoop Nikon Eclipse 50i POL	15
2.2 Katseobjektid	16
3. Eksperimentaalsed tulemused	18
3.1 Mikroanalüüs keemiliselt karastatud klaasi pinnakihist	18
3.2 Mõõdetud K^+ kontsentratsiooni profiilist pingajaotuse arvutamine	19
3.3 Jääkpingete jaotuse $\sigma(z)$ mõõtmine termiliselt karastatud klaasplaatides	20
3.4 Katseandmetest jääkpinge profiili arvutamine	23
3.5 Pöördülesande lahendamine: integraalse fotoelastsuse ribade jaotusest pingajaotuse leidmine ..	24
3.6 Keemilise karastuse pingete mõõtmine polarisatsioonmikroskoobiga	27
Kokkuvõte	29
Kasutatud kirjandus	30
Summary	31
Lisa	32
Tänuavaldused	34
Litsents	34

Sissejuhatus

Karastatud klaas leiab üha enam rakendust erinevates tootmisharudes, alates majade vaateakende tootmisest kuni mobiilsete multimeediaseadmeteni välja. Karastatud klaasil on palju eeliseid teiste läbipaistvate materjalide eest. Klaas on teatavasti kõva materjal, keemiliselt küllaltki inertne ja heade optiliste omadustega. Karastamisega saab mitmeid klaasi häid omadusi veel paremaks teha ning vähendada klaasi haprust. Klaasi karastataksegi eelkõige materjali mehaaniliste omaduste parandamise eesmärgil.[1]

Klaasi tootmise ja valmistatud klaastoodete rakendamise seisukohast on vajalik teada klaasi mehaanilisi omadusi. Karastatud klaasi mehaanilised omadused on reeglina alati seotud klaasis olevate jääkpingete iseloomu ja suurusega. Reeglina on tarvilik materjal purustada, et saada teada informatsiooni selle materjali lõpliku tugevuse kohta. Klaasi on õnnistatud läbipaistvusega, mis võimaldab klaasi uurida optiliste meetoditega. Lisaks on klaasis olevad jääkpinged otseselt seotud murdumisnäitajaga. Sedamoodi saab klaasis olevaid pingeid hinnata fotoelastsusmeetoditega, millest edasi on võimalik hinnata klaasi mehaanilisi omadusi. Fotoelastsusmeetodid ei ole aga seniajani universaalsed ja samal ajal mitte-destruktiivsed, ehk ühte meetodit ei saa rakendada ka mitte kõigile levinud klaasitüüpidele, sealjuure klaasi lõhkumata. Näiteks termiliselt karastatud klaasi mõõtmiseks sobilik hajunud valguse meetod ei anna reeglina häid tulemusi keemiliselt karastatud klaasi jaoks.[1]

Käesoleva bakalaureusetöö eesmärk oli uurida võimalusi, kuidas rafineerida praegu kasutusel olevaid fotoelastsusel põhinevaid jääkpingete mõõtmise meetodeid ja võimaluse korral leida uusi rakenduslike võimalusi klaasis pingete mõõtmiseks. Töö fookus on eelkõige hajunud valguse fotoelastsusmeetoditel ja nende rakendusvõimalustel. Käsitlemist leiavad erinevad klaasitüübid, nende seas ka praeguse aja multimeediaseadmete tööstuses tähtsal kohal olev Corning® Gorilla Glass™ keemiliselt karastatud alumiinosilikaat klaas.

Töö esimeses pooles antakse ülevaade klaasis tekkivate pingete iseloomust ja hajunud valguse fotoelastsuse teooriast. Esimeses pooles tuleb veel juttu klaasi keemilisest karastamisest, elektron-sond mikroanalüüsist, ionide difusioonist klaasis ja ionide jaotuse järgi pingete arvutamise teooriast.

Töö teises pooles kirjeldatakse katseobjektid ja seadmed ning mõõteprotseduurid. Käsitlust leiavad mikroanalüüsi mõõtmistulemused, ionide jaotusest pingete arvutamine konkreetse klaasi jaoks ja jääkpingete mõõtmismetoodikate rakendamine katseobjektidele.

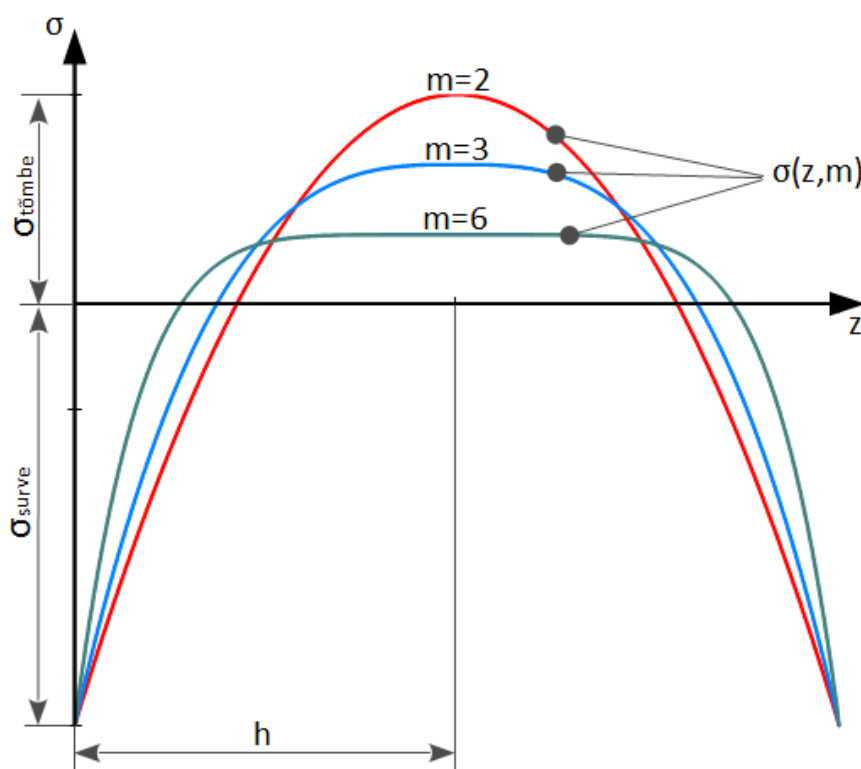
1. Kirjanduse ülevaade

1.1 Jääkpingete jaotus termiliselt ja keemiliselt karastatud klaasplaatides

Termilise karastuse tekitamiseks klaasplaati kuumutatakse seda pehmenemistemperatuurini ja jahutatakse siis kiiresti õhujugade abil. Tekib paraboliline jääkpingete jaotus läbi klaasi paksuse. Keemilise karastuse tekitamiseks pannakse klaasplaat tundideks sula või keeva soola sisse, kust ioonid saavad klaasi pinnakihti difundeeruda. Klaasi saab keemiliselt karastada erinevate ionidega (K^+ , Cu^+ , Ag^+ , Rb^+ , Cs^+), kuid käesolevas töös on vaatluse all ainult K^+ ionidega karastamine. Keemilise karastuse korral tungivad K^+ ioonid ligikaudu 10 kuni $100\mu m$ sügavusele klaasi pinnakihti. Jääkpingete jaotust ühtlaselt karastatud klaasplaadis saab kirjeldada polünoomiga:

$$\sigma(z) = \sigma_s h^{-m} \frac{m+1}{m} \left[\left| (h-z)^m \right| - \frac{h^m}{m+1} \right], \quad (1)$$

kus σ_s - pinnapinge, m – jääkpingete jaotuse polünoomi järk ja h – klaasplaadi poolpaksus.



Termilise karastuse korral on pingajaotus parabolne st $m = 2$ (Joonis 1). Keemilise karastuse korral $m = 6$ või suurem (Joonis 1). Mida suurem polünoomi järk seda lähemale klaasi pinnale on nullpingete punkt (Joonis 1 z-telje ristumispunkt pingajaotustega).[2]

Joonis 1. Jääkpingete jaotus termiliselt karastatud klaasplaadis ($m = 2$) ja keemiliselt karastatud klaasplaadis ($m = 6$)

Jääksurvepinged klaasplaadi pinnosas on tasakaalustatud jääktõmbepingetega klaasplaadi keskosas, seega integraal läbi klaasplaadi paksuse rajades $z = 0$ kuni $z = 2h$ avaldub:

$$\int_0^{2h} \sigma_s h^{-m} \frac{m+1}{m} \left[(h-z)^m - \frac{h^m}{m+1} \right] dz = 0. \quad (2)$$

1.2 Võrdlus termiliselt karastatud klaasi ja keemiliselt karastatud klaasi vahel

Võrreldes termilise karastusega on keemilisel karastusel järgmised erinevused:

- Mitu korda suuremad pinnasurvepinged (termiliselt karastusel 40-180MPa, keemiliselt karastusel 150-1000MPa).
- Survepinged ei ulatu klaasi sisse nii sügavale (Joonis 1).
- Keemiliselt saab karastada väga õhukest kaasi (ka alla 1mm paksust), samas termiliselt on väga raske karastada alla 2 mm paksust klaasi. Kaasi termiliselt karastamiseks tuleb terve klaas kuumutada kuni klaasi pehmenemistemperatuurini ja siis järsult õhku peale puhudes alla jahutada. Pinged tekivad klaasi seda suuremad, mida suurem temperatuuri erinevus pinna ja keskosa vahel (temperatuuri gradient) suudetakse samaaegselt tekitada. Õhukese klaasi puhul jahtub klaas sedavõrd kiiresti maha, et temperatuuri gradienti läbi klaasi paksuse ei teki ja seega ei teki ka pinged gradienti.
- Saab karastada keerulise kujuga klaasesemeid.
- Purunemisel tekkivad killud on erineva kujuga. Tüüpiliselt on termiliselt karastatud klaasi purunemisel tekkinud killud ümarate servadega ja ohutuse seisukohast paremad.
- Keemiliselt karastatud klaasi pinged säilivad ka klaasi pehmenemistemperatuuril (°C). Termiliselt karastatud klaasi pinged vabanevad pehmenemistemperatuuril.

1.3 Hajunud valguse meetod

Mittekristallilised läbipaistvad materjalid on sageli isotroopsed. Pinge mõjul muutuvad nad anisotroopseteks ja nende optilised omadused sarnaseks kristallidega. Esimesena jälgis kaksikmurdumist Sir David Brewster aastal 1816. D. Brewster tegi kindlaks, et survepingete tõttu klaasis muutuvad selle omadused sarnaseks üheteljelise negatiivse kristalliga ja tõmbepingete puhul sarnaseks üheteljelise positiivse kristalliga. Vaadeldes ühtlaselt karastatud suurt klaasplati, siis võib täheldada, et pinnaga risti olevas sihis pinged puuduvad.

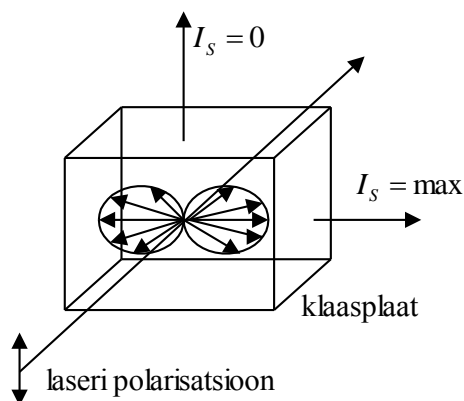
Optilise teljena on defineeritud sellisel juhul siht, kus kaksikmurdivuse efekt ei avaldu. Seega pingetega klaasi optiline telg kulgeb pinnaga risti olevas sihis. Fotoelastsusmeetodid põhinevad läbipaistvate materjalide muutumisel mehhaaniliste pingete mõjul kaksikmurdvaks[1].

Hajunud valguse meetod põhineb Rayleigh' hajumisel läbipaistvates materjalides. Hajumistsentrite mõõtmel on võrreldes pealelangeva valguse lainepikkusega väikesed. Hajumistsentritena käituvad murdumisnäitaja n väikesed fluktuatsioonid. Kui läbipaistvale materjalile langeb polariseerimata loomulik valgus ja seda vaadeldakse kiirega risti olevas sihis, siis hajunud valguse intensiivsus ei sõltu vaatenurgast.

Kasutades lineaarselt polariseeritud peale langevat valgust, siis hajunud valguse intensiivsus I_s sõltub nurgast φ polarisatsioonitasandi ja vaatesuuna vahel. Hajunud valguse intensiivsus I_s on maksimaalne laserivalguse polarisatsiooni tasandiga risti olevas sihis $\varphi = 0$ ja minimaalne sellega paralleelses suunas $\varphi = 90^\circ$ (joonis 1). I_s on pöördvõrdelises sõltuvuses valguse lainepikkuse λ neljandast astmest, võrdelises sõltuvuses peale langeva valguse intensiivsusest I_0 ja materjalikonstandist A :

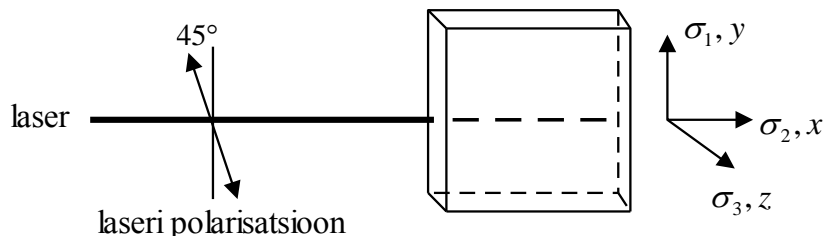
$$I_s = \frac{I_0 \cdot A}{\lambda^4} (1 - \cos^2 \varphi) . \quad (3)$$

Materjalides olevate pingete tõttu tekib valguse kaksikmurdivus. Kui laserkiir on klaasplaadi peapinnaga paralleelne ja lineaarselt polariseeritud optilise telje suhtes 45° all



Joonis 2. Läbipaistvaid materjale läbiva lineaarselt polariseeritud laserikiire maksimaalse Rayleigh' hajumise suund on polarisatsioonitasandiga risti. [5]

(joonis 2), siis peale langev laine jaotub kaheks: tavaliseks ja ebatavaliseks kiireks (e - ja o -kiireks), mis on teineteise suhtes täisnurga all polariseeritud [5,6]. Ebatavaline kiir on lineaarselt polariseeritud optilise telje sihis ja tavaline kiir temaga risti. Need lained võnguvad peapingetega σ_1 ja σ_3 samas sihis ning kanduvad edasi erinevate kiirustega.



Joonis 3. Laserkiir on suunatud klaasplaati selle otstahuga risti ja lineaarselt polariseeritud 45° all klaasi pinnaga. σ_1 , σ_2 ja σ_3 on ristkoordinaadistiku telgede tähised, kus σ_2 on paralleelne plaadi servale langeva laserkiirega ning σ_3 on risti tasa paralleelse plaadi pinnaga. [6]

Kiiruste erinevus on võrdeline peapingete erinevusega. e - ja o -kiire lainefrontide lahknemise tulemuseks on faasivahe Φ kahe laine vahel, mis suureneb edasiliikumisel piki laserivalguse kulgemisteed. Seega muutub laserivalguse polarisatsiooni olek klaasplaadis ja koos sellega ka hajunud valguse intensiivsus I_s (joonis 3).

Faasivahe Φ ja optilise käiguvahe δ vaheline seos avaldub järgmiselt:

$$\Phi = \frac{2\pi}{\lambda} \delta \quad (4)$$

Hajunud valguse intensiivsuse jaotus piki laserikiire kulgemise teepikkust klaasplaadis avaldub, kui pealelangeva lineaarselt polariseerud valguse polarisatsioonisiht on vaatlussihiga paralleelne.:

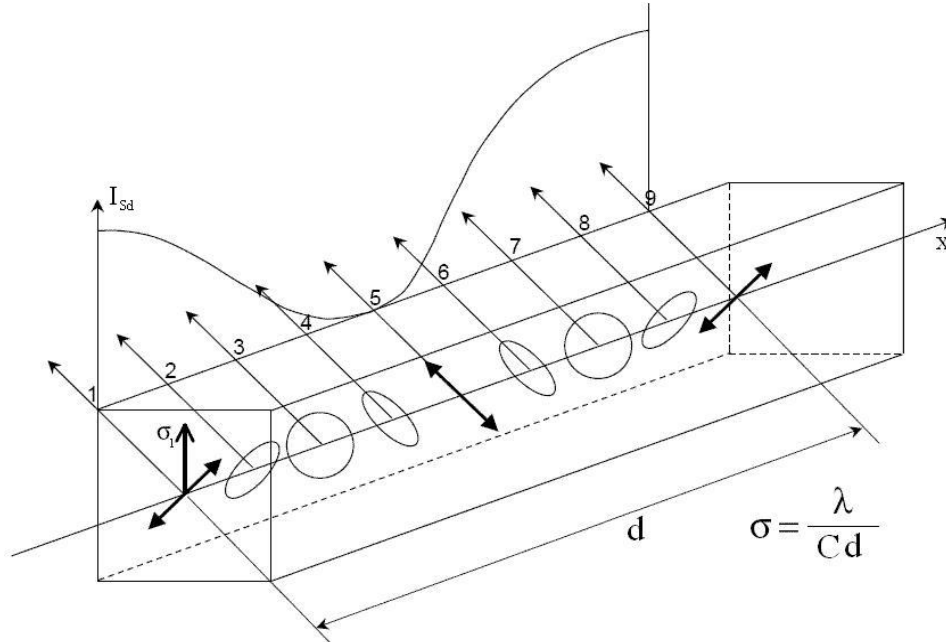
$$I_s = I_0 \sin^2\left(\frac{\Phi}{2}\right). \quad ! \quad (5)$$

vaatlussihiga risti:

$$I_s = I_0 \cos^2\left(\frac{\Phi}{2}\right). \quad (6)$$

Tavalise ja ebatavalise kiire levikul klaasplaadis toimub nende interferents, mille tulemusena tekib tüüpiline hajunud valguse intensiivsuse I_s modulatsioon. Rayleigh' risthajumise (\perp laseri kiirega) intensiivsuse ruumilist modulatsiooni piki laserkiirt seletatakse ergastava valguse polarisatsiooni oleku muutusega levikul kaksikmurdvas plaadis. Kui kaksikmurdvale plaadile langeb lineaarselt polariseeritud valgus, siis polarisatsiooni olek muutub: lineaarselt polariseeritud \rightarrow elliptiliselt polariseeritud \rightarrow ringpolariseeritud \rightarrow elliptiliselt polariseeritud, kuid pöördunud eelmise elliptilise polarisatsioonioleku suhtes $90^\circ \rightarrow$ lineaarselt polariseeritud, kuid pöördunud eelmise lineaarse polarisatsiooni suhtes 90° (joonis 3).

Vaatesuuna φ muutumisel pöörduvad maksimumid miinimumideks ja vastupidi. Modulatsiooni periood d on ruumiline vahekaugus kahe maksimumi vahel e vahekaugus kahe ruumipunkti vahel kiires, milledest esimeses on lineaarne vaatlussuunaga risti olev polarisatsiooniolek ja teises esimese suhtes 180° pöördumisel saadud samasihiline polarisatsiooniolek.



Joonis 4. Hajunud valguse intensiivsuse modulatsiooni tekkimine kaksikmurdvas läbipaistvas materjalis, kui vaatesuund on pealelangeva valguse polarisatsiooniga risti. I_s on maksimaalne punktides 1 ja 9 ning null punktis 5. Hajunud valguse intensiivsuse I_s ruumiline modulatsioon on sinusoid, mille periood on d . [1]

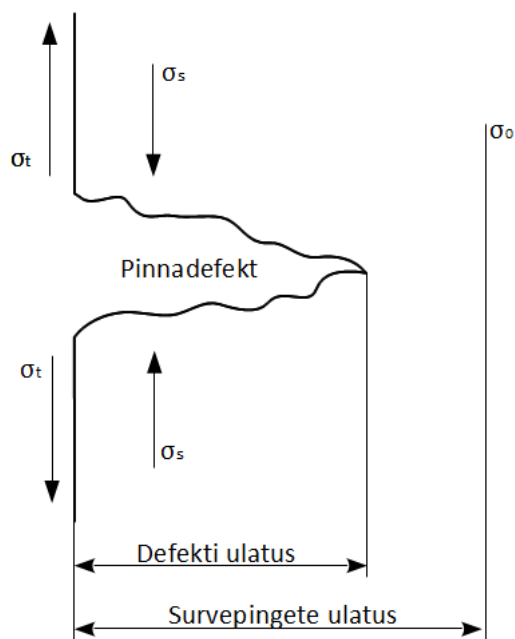
Hajunud valguse sinusoidaalse modulatsiooni periood d on pöördvõrdelises sõltuvuses karastatud klaasplaadis olevate pingetega. Mida väiksem on modulatsiooni periood, seda suurem pinge on klaasi vaadeldavas piirkonnas. Kui on teada uuritava klaasi fotoelastsuskonstant C , siis pinge väärtused vastavas klaasplaadi piirkonnas avalduvad:

$$\sigma_1 - \sigma_3 = \frac{\lambda}{C \cdot d}, \quad (7)$$

kus σ_1 ja σ_3 (joonis 3) on laserkiirega risti olevas tasapinnas mõjuvad peapinged; λ on laseri lainepikkus; ja C on fotoelastsuskonstant (pinge-optiline konstant, Brewsteri konstant) [6,7]. Kui klaasplaadi paksus on väike võrreldes teiste mõõtmetega, siis ääre-efektid pinge σ_3 suunas (membraanipinge) on tähtsusetud [4]. Näiteks on σ_1 väärtus palju suurem, kui σ_3 väärtus ja seega on $\lambda / (C \cdot d)$ oluliselt σ_1 -st sõltuv (valem (7)). Edaspidi tähistame σ_1 lihtsalt σ .

1.5 Klaasi keemiline karastamine

Keemiline karastus klaasis saavutatakse ioonvahetusprotsessi tulemusena. Ioonvahetusprotsess on tähelepanuväärne, kuna selle abil on võimalik muuta pinna klaasi pinna keemilist koostist ja mõjutada seeläbi pinna mehaanilisi, optilisi, elektrilisi ja keemilisi omadusi. Mehaanilistest omadustest muutuvad märkimisväärselt klaasi tugevus, kõvadus ja kriimustuskindlus. Klaasi tugevus on sageli otseselt seotud pinnadefektide iseloomuga klaasis, kuna pinnasurvepingete suurenedes suureneb kõvadus, siis üldiselt suureneb ka klaasi tugevus



nii tõmbele, kui paindele. Optilistest omadustest on muudetavad neelduvus, luminesents, hajumine ja murdumisnäitaja. Elektrilistest omadustest on tähtsaimad ioonjuhtivuse muutmine ja isolatsioonivõime parandamine. Keemilistest

omadustest on tähtsaimad pinna korrusioonikindluse muutmine, märguvus ja pinnaenergia. Muutes ühte klaasi omadust muutuvad tavaliselt ka teised omadused. Näiteks klaasi tugevdamisel karastamise teel suureneb pinnakihtide murdumisnäitaja ja seetõttu ka pinna peegeldus koefitsient.[2]

Joonis 5. Karastatud klaasi tugevuse mehhanism

Ioon-vahetus klaasi pinnakihis on kõige tavalisem keemilise karastuse meetod. Idee seisneb klaasis olevate Na^+ ionide väljavahetamises suuremate ionide vastu (K^+ , Cu^+ , Ag^+ , Rb^+ , Cs^+). Kui näiteks tahetakse klaasi keemiliselt karastada K^+ ionide abil, siis paigutatakse klaas sula kaaliumnitraadi sisse. Tulemuseks on jääksurvepinged pinnakihis, mida tasakaalustavad tõmbepinged klaasi sisemuses.[2]

Ülevaatlilik mehhanism klaasi tugevdamiseks pinna jääksurvepingete tulemusel on illustreeritud joonisel 5. Survepingete suurus on otseses seoses ruumalaga pinnas, kus ioonvahetus on aset leidnud. Ruumala, kus ioonvahetus aset leiab korreleerub ruutjuurega ajast, millal ioonvahetus aset leiab. Ioonvahetus teostatakse allpool klaasi pehmenemistemperatuuri, mistõttu klaasi pehmenemisest tingitud deformatsioonid ei saa tekkida. Igasuguse iooni sisenemisel klaasi pinda, mille suurus erineb välja vahetatavast ionist mõjutab materjali struktuuri. Keemiline karastamine suurendab klaasi tugevust ja termošokikindlust, samal ajal täites pinnadefekte ionidega.[4]

1.6 Mikroanalüüs

Mikroanalüüsi meetodiga saab materjali pinna elementkoostise kohta informatsiooni väga väikesest ruumiosast korraga. Sel viisil saab materjali pinna elementkoostise punkthaaval kaardistada hea lateraalse lahutusega.

Meetod põhineb karaktersete röntgenkvantide tuvastamisel. Röntgenkvandid saadakse proovi aatomite pommitamisel elektronidega. Elektronid saadakse tavaliselt kuumutatud volframtraadist. Kuumutatud volframtraadist eralduvad elektronid kiirendatakse elektriväljas 10 kuni 30 keV energiateni. Uuritava materjali pinnaga kokku saanud elektron võib lüüa pinnakihi aatomi elektronkattest elektroni välja. Tekkinud tühja elektronikihi täidab mõnest kõrgemast elektronihist sinna kukkuv elektron. Kuna kõrgematel elektronkihtidel on elektronide energia suurem, siis jääb elektroni madalamale orbiidile kukkudes energiat üle. See energia kiirgub enamasti elektromagnetkiirguse kvandina aatomist välja. Kõige madalama energiaga elektronikiht on tuumale lähim K-kiht, järgmine on L-kiht ja edasi tulevad M,N-kihid ja nii edasi. Valdava enamuse elementide jaoks jäävad sisemiste elektronkihtide vahelised üleminekute energiad röntgenkiirguse energiate vahemikku. Kõige parem on elementi tuvastada K_{α} kiirguse järgi, mis vastab üleminekuenergiale L-kihilt K-kihile ja on unikaalne sellele elemendile. Elementide kontsentratsiooniprofiili saab elementide K_{α} kiirguse signaali intensiivsusest.

Kiirendatud elektronid koondatakse elektromagnetiliste läätsede abil kitsaks kiirte kimbuks, mille läbimõõt fookuses võib olla vähem kui $0,1\mu\text{m}$. Kallutuspoolide abil skaneeritakse proovi pinda rida haaval. Sageli piisab vaid ühe rea skaneerimisest, kui uuritava elemendi kontsentratsioon muutub vaid ühes sihis.

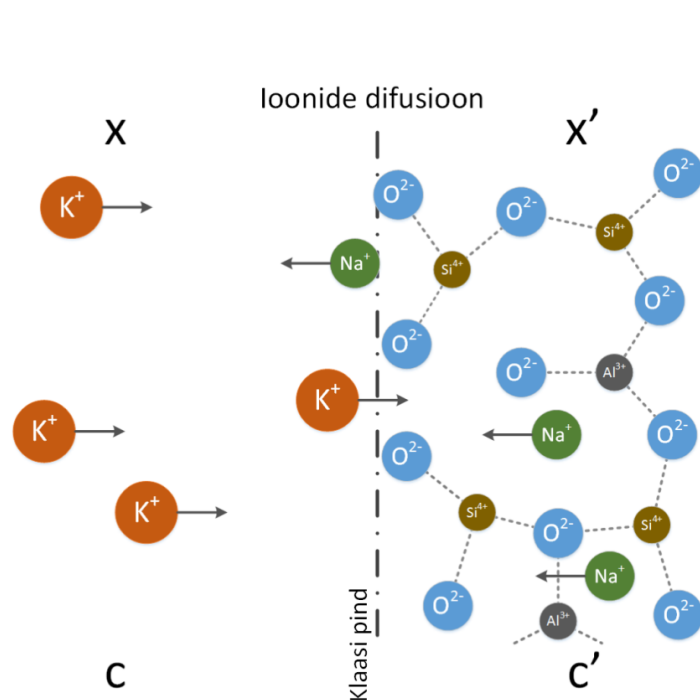
Röntgenkvantide tuvastamiseks kasutatakse energia- või lainedispersiivset detektorit. Energiadispersiivne detektor (EDS) mõõdab röntgenkvandid energiate järgi. Lainedispersiivne detektor (WDS) jaotab röntgenkiirguse spektri. Spektrist valitakse välja kitsas vahemik. Sedasi saab röntgenkvante täpselt tuvastada väikeses lainepikkuste vahemikus. Lainedispersiivse detektoriga saab elementide kvantitatiivset analüüsi täpselt läbi viia, kuid protseduur on ajamahukas. Energiadispersiivne detektor töötab kiiremini, kuid ei võimalda sama head täpsust kvantitatiivseks analüüsiks.

1.7 Difusioon

Difusioon on soojusliikumisest tingitud isevooluline ionide (ka molekulide, dispergeeritud osakeste) kontsentratsioonide ühtlustumine süsteemis. Difusioon kulgeb seda kiiremini, mida kõrgem on temperatuur. Difusioon kestab senikaua kuni ionide kontsentratsioon ühtlustub.

1855. a. näitas Adolf Eugen Fick, et ajavahemiku dt jooksul läbi pinna S valitud suunas x difundeerunud aine mass dm on võrdeline kontsentratsioonigradiendiga $\frac{dc}{dx}$:

$$-dm = DS \left(\frac{dc}{dx} \right) dt. \quad (8)$$



Kontsentratsioonigradiend $\frac{dc}{dx}$

näitab kontsentratsiooni muutust ühe pikkusühiku kohta valitud punkti x_1 ümbruses vastava koordinaattelje suunas. Kui punktide x ja x' vahel muutub kontsentratsioon lineaarselt c -lt c' -le (joonis 6), siis gradient $\frac{dc}{dx} = \frac{c - c'}{x - x'}$. Miinusmärk võrrandi

(8) ees näitab, et difusiooniprotsess kulgeb väiksema kontsentratsiooniga

piirkonna suunas.

Joonis 6. Ioonide difusioon klaasi.

Difusioonikoefitsient D näitab ajaühikus (1 s) pinnaühikut (1 cm²) läbivat ainehulka (moolides). Kui kontsentratsioonigradiend püsib ajas muutumatuna, siis püsib ka difusioonivoog ajas muutumatuna. Sellisel juhul saab kirjutada üle kantud aine massi jaoks

$$m = -D \left(\frac{dc}{dx} \right) \tau. \quad (9)$$

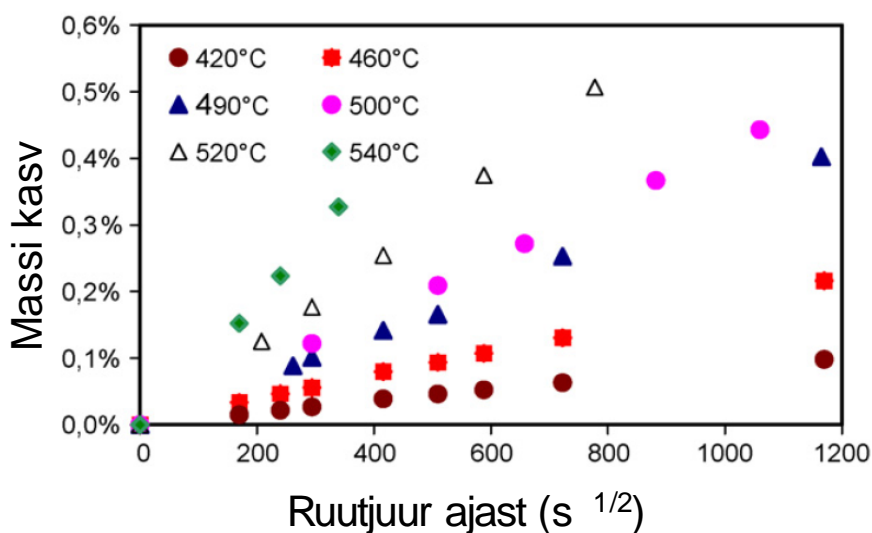
1908. a esitas Einstein difusiooniprotsessi teooria, mis võimaldab arvutada difusioonikoefitsiendi D väärtust dispersioonikeskkonna viskoossuse η , absoluutse temperatuuri T ja difundeeruvate osakeste raadiuse r funktsioonina. Einstein tuletas kerakujuliste osakeste difusioonikoefitsiendi avaldise:

$$D = \frac{kT}{6\pi\eta r}, \quad (10)$$

kus k – Boltzmanni konstant, T – absoluutne temperatuur, η – keskkonna viskoossus ja r – difundeeruva osakese raadius. Difusioonikoefitsiendi D eksperimentaalseks määramiseksioon-vahetusprotsessi korral vaadeldakse klaasi lahustina ja K^+ ioone lahustuva ainena. K -ioonide difusioonikonstanti klaasis saab määrata teades temperatuuri, difusiooniprotsessi toimumise aega ja määrates K^+ kontsentratsiooni jaotuse klaasi pinnakihis ja sulas kaaliumnitraadis.[10]

1.8 K^+ - Na^+ ioon-vahetus protsess

Eeldatakse, et Na^+ on ainukene välja vahetatav ioon ja K^+ ainukene sisse viidav ioon. Kuna K^+ on raskem kui Na^+ , siis on oodata, et objekti mass suureneb ioon-vahetusprotsessi tulemusena.



Joonis 7. Klaasi massi kasv sulas kaaliumnitraadis karastusaja kohta erinevatel temperatuuridel [3].

Joonisel 1 on näidatud, et klaasplaadi mass hakkab ajas t (sulas kaaliumnitraadis hoidmise aeg) erinevate kiirustega kasvama. Karastamise temperatuuri T hoiti kogu karastamise aja

jooksul konstantsena. Eeldame, et karastatava klaasi paksus on suurem kui kahekordne ionide sissetungimis-sügavus. Difusiooni kiirus avaldub diferentsiaalvõrrandina:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{D_K}{1 - \alpha c} \left[\frac{\partial^2 c}{\partial x^2} + \frac{\alpha}{1 - \alpha c} \left(\frac{\partial c}{\partial x} \right)^2 \right], \quad (11)$$

$$\alpha = 1 - \frac{D_K}{D_{Na}}, \quad (12)$$

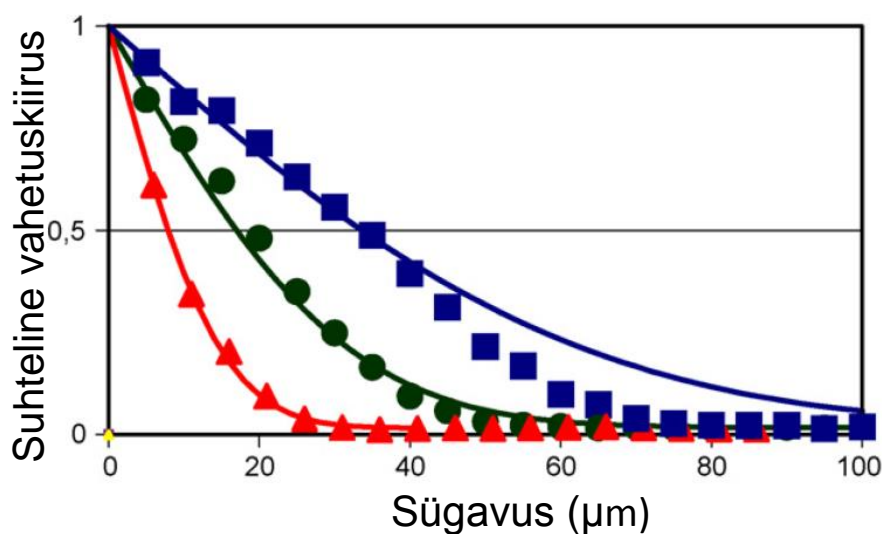
kus D_K – K^+ difusioonikoefitsient, D_{Na} – Na^+ difusioonikoefitsient,

D_{Na} – Na^+ difusioonikoefitsient, x – kaugus pinnast (Joonis...)

Diferentsiaalvõrrandi (11) lahend on:

$$C(x, t) = \operatorname{erfc} \left(\frac{x}{2\sqrt{D \cdot t}} \right), \quad (13)$$

kus D on konstantne difusioonikoefitsient.



Joonis 8. Normaliseeritud K^+ kontsentratsiooni jaotus klaasis erinevatel karastustingimustel. Kolmnurgad: 420 C 72h; kerad: 460 C 72h; nelinurgad: 490 C 72h. [3].

1.9 Pingete arvutamine K⁺ ionide kontsentratsiooni jaotusest pinnakihis

Keemiliselt karastatud klaasi jääkpingete profiili saab hinnata ionide jaotuse järgi. Keemilise karastamise käigus paisub klaasi pinnakiht suuremate ionide tõttu, mis on pinnakihti difundeerunud. Kasutades analoogiat termilise karastuse modelleerimisest saab keemilise karastuse pingete profiili arvutada valemiga: [4]

$$\sigma_1(x, t) = -\frac{BE}{1-\nu} \int_0^{t_1} R(t_1 - t) \frac{\partial}{\partial t} (C - \bar{C}) dt, \quad (14)$$

kus σ_1 – jääkpinge ,	R – normaliseeritud	C – K ₂ O kontsentratsioon
	relaksatsiooni funktsioon,	ja \bar{C} – keskmine
B – paisumiskoeffitsient,	t – aeg, t_1 – kogu	difusioonisuunaline
E – Youngi moodul, ν –	ioonvahetusprotsessi aeg	kontsentratsioon.
Poissoni suhe		

Kui pingete relaksatsiooni mitte arvestada, siis lihtsustub valem (14) kujule:

$$\sigma_1(x, t) = -\frac{BE}{1-\nu} (C - \bar{C}), \quad (15)$$

Paisumiskoeffitsient B on defineeritud, kui lineaarne deformatsioon leelisoksiidi kontsentratsiooni muutuse kohta:

$$B = -\frac{\Delta V}{3V_0} \frac{1}{C}, \quad (16)$$

kus V_0 – klaasi algruumala, C – K₂O kontsentratsioon, ΔV – klaasi ruumala suurenemine

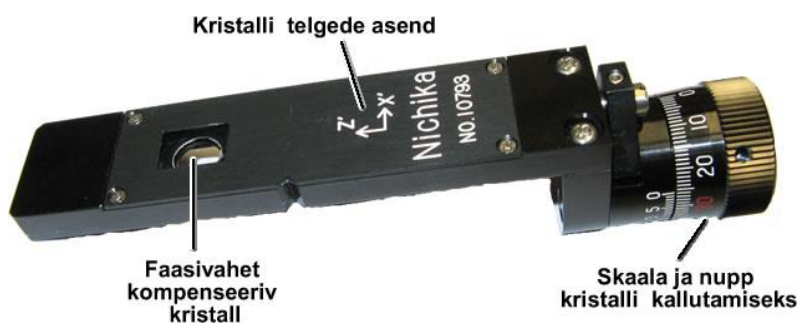
2. Katseseadmed ja katseobjektid

2.1 Bereki kompensaaator ja polarisatsioonmikroskoop Nikon Eclipse 50i POL

Polarisatsioonmikroskoobi Nikon Eclipse 50i POL (Jaapan) komplektis on Bereki kompensaaator (Nichika, Jaapan). Kompensaaator koosneb kristallplaadist mille nurka muutes saab mõõta optilist käiguvahet vahemikus 0-2000 nm.

Bereki kompensaaatori abil on võimalik määrata polariseeritud valguse käiguvahet. Bereki kompensaaator on mõeldud keskmiste ja suurte faasivahede mõõtmiseks (kuni 5λ). Väikeste käiguvahede mõõtmine on Bereki kompensaaatoriga võimalik, kuid pole täpne. Bereki kompensaaatoriga kompenseeritakse objekti tekitatud käiguvahe ehk lahutatakse objekti tekitatud käiguvahest kompensaaatori tekitatud käiguvahe, nii et summaarne käiguvahe oleks null.

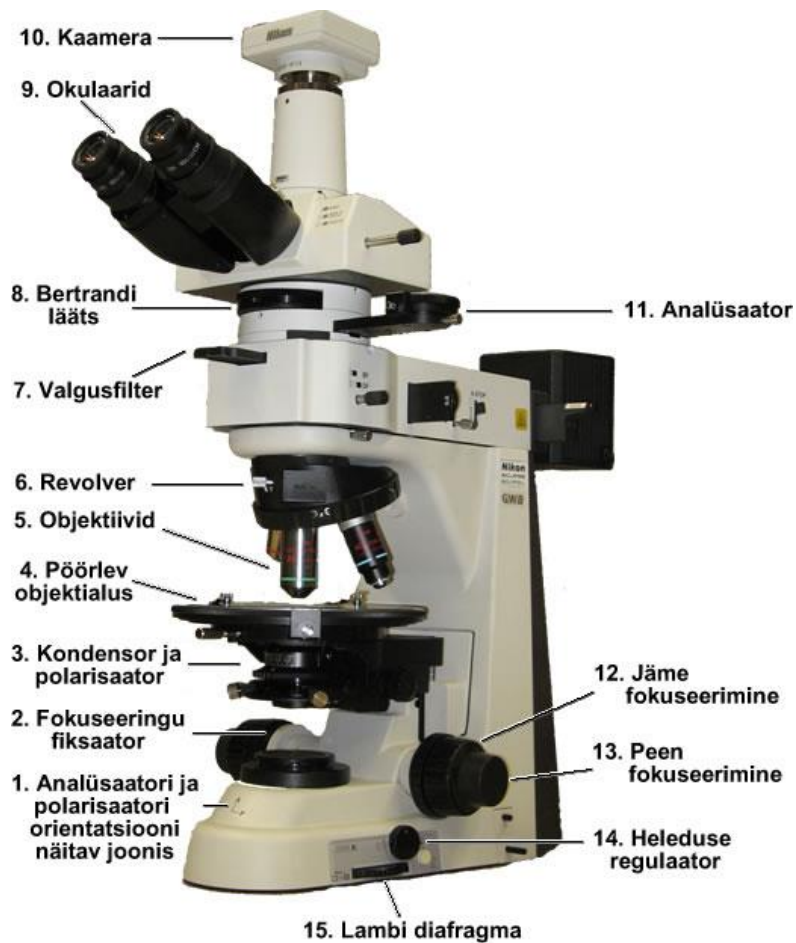
Bereki kompensaaator on valmistatud üheteljelisest kaksikmurdvast kristallist. Kristall on



orienteeritud nii, et selle optiline telg on risti plaadi pinnaga. Kui Bereki kompensaaator on horisontaalne, siis liigub kompensaaatorile langenud valgus piki optilist telge st ebatavalist kiirt ei teki.

Joonis 9. Bereki kompensaaator

Polarisatsioonmikroskoop erineb tavalisest mikroskoobist selle poolest, et uuritavat objekti valgustatakse mitte loomuliku, vaid lineaarselt polariseeritud valgusega. Selleks on valgusallika ja objekti vahele pandud polarisaator. Kui valguskiired on objekti läbinud, siis läbib valgus ka analüsaatori, mille läbilaskesihit ristub polarisaatori läbilaskesihiga. Polarisatsioonmikroskoobis on näha vaid uuritava objekti seda osa, mis muudab objektile langenud valguskiirte käiguvahet. Kui uuritavat objekti valgustatakse valge valgusega, siis iseloomustab objekti värvus käiguvahe suurst.



Joonis 10 . Polarisatsioonmikroskoop Nikon 50i POL

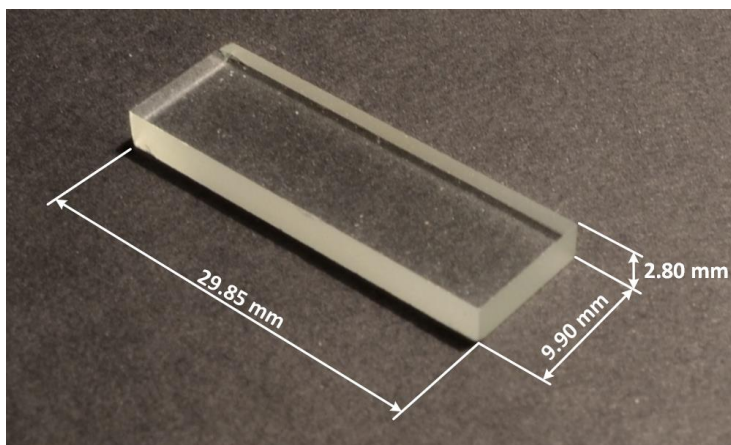
2.2 Katseobjektid

1) Keemiliselt üli-kõrgkarastatud Corning Gorilla klaas

Pehmenemistemperatuur	900°C	Murdumisnäitaja pinnal	1,51
Lõõmutustemperatuur	628°C	Murdumisnäitaja poolpaksusel	1,50
Tihedus	2,39g/cm ³	Fotoelastsuskonstant	3,19Br
Elastsusmoodul	69,3GPa	Poissoni suhe	0,22
Tõmbemoodul	28,5GPa	Paisumiskoeffitsient (0 °C - 300 °C)	75,8x10 ⁻⁷ / °C

Tabel 1. Corning Gorilla klaasi andmed [9]

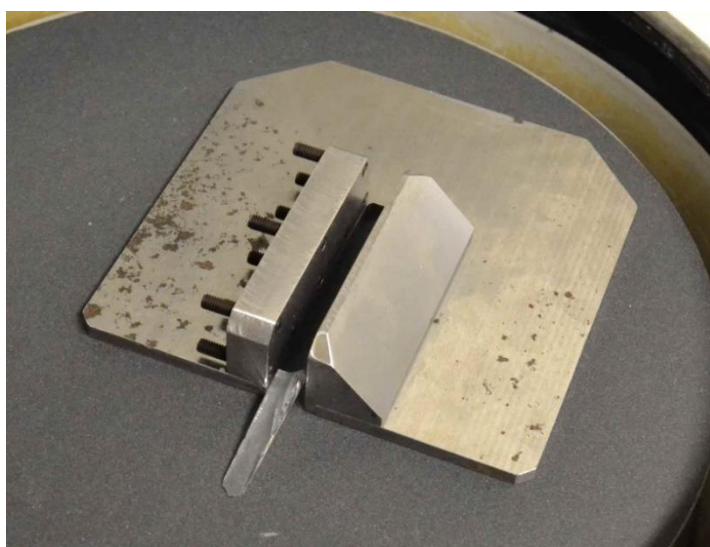
2) Klaasist lihviti risttahukas, mida karastati 30h temperatuuri 520°C juures kaaliumnitraadis. Sool ja katseobjekt asetati väikesesse kvartsist vanni.



Joonis 11. Keemiliselt karastatud klaas

3) Termiliselt kõrg-karastatud klaasplaat paksusega 10 mm ja ligikaudu 160MPa pinnasurvepingega.

4) Konstrueeriti lihvtald katseobjektide lihvimiseks. Klaasitükkidest sirge ja sileda pinna saamiseks konstrueeriti abivahend. Jooniste alusel valmis seade TÜ FI töökojas. Lihvimis- ja lõikamisprotseduurid viidi läbi TÜ Keemia Instituudi geoloogia osakonna kivististe



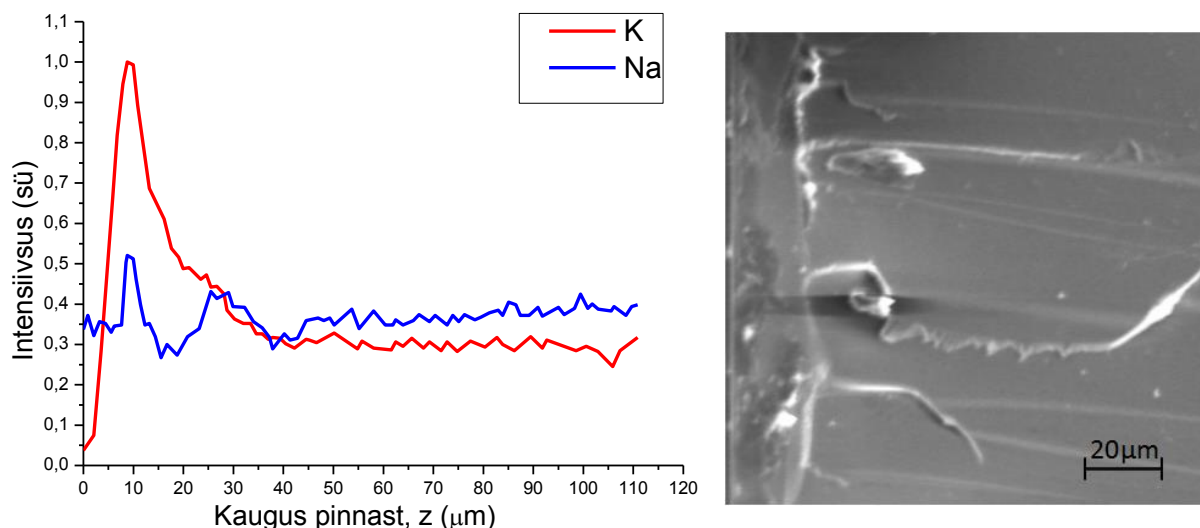
töötlemistöökojas. Klaasi lõikamiseks kasutati vesijahutusega teemantketaslõikurit. Lihvimiseks kasutati pöörlevat lihvpinki. Abrasiivpaberid varieerusid tera suurusega 100µm kuni kõige peenema viimistluse saamiseks 1µm. Lihvtalla abil valmistati klaasist risttahukas (Joonis 11).

Joonis 12. Klaasi lihvimistald

3. Eksperimentaalsed tulemused

3.1 Mikroanalüüs keemiliselt karastatud klaasi pinnakihist

Kasutades elektron-sond mikroanalüsaatorit JXA-840 (JEOL, Japan), mis on varustatud energiadiispersiivse spektromeetriga Voyager (Noran, USA) mõõdeti K^+ ja Na^+ ionide kontsentratsiooni profiil keemiliselt karastatud klaasi pinnakihis murdeserval. Ioonide kontsentratsioonid määrati röntgenkiirguse karaktersete K_α joonte intensiivsuste järgi. Etalonideks olid värskelt lõigatud NaCl ja KBr monokristallid. Primaarkiirguse elektronide energiad olid 10 või 20 keV. Analüüs tehti katseobjekti murdepinnast. Elektronkiirt skaneeriti sammuga 2-10 μm . Laadumise efektide vältimiseks kaeti katseobjekt õhukese plaatina kihiga ja maandati.



Joonis 13. (a) K^+ ja Na^+ ionide kontsentratsiooni profiil keemiliselt üli-kõrgkarastatud Corning Gorilla klaasi pinnakihis. (b) Elektronmikroskoobi pilt suurendusega 200X keemiliselt karastatud klaasi murdepinnast.

Katsetulemustest joonisel 13. (a) on näha, kuidas kaaliumi sisaldus on suurem pinnakihis kuni 40 μm sügavuseni, mis on tüüpiline keemiliselt karastatud klaasidele. Samas on näha, et päris pinna lähedal läheb kaaliumi sisaldus väga väikeseks. Selline kaaliumi kontsentratsiooni-profiil viitab mitme-etapilisele karastamisele, kus esialgu on klaasi karastatud kaalium-nitraadis ja pärast mõnes väiksema iooniga soolas, et kaalium kõige pindmisest kihist uuesti välja viia. Mitme-etapilise karastamise eesmärk on klaasi edasise tugevuse suurendamine.

3.2 Mõõdetud K^+ kontsentratsiooni profiilist pingeaotuse arvutamine

Joonisel 13 (a) kujutatud kaaliumi kontsentratsiooniprofiili järgi arvutati hinnanguline pingete profiil klaasis.

Hinnanguliselt sisaldab 100 g alumiinosilikaatklaasi 14,9 g Na_2O ja sellise klaasi tihedus $\rho = 2,39 \text{ g/cm}^3$. Paulingi järgi on K^+ ja Na^+ ioonraadiused vastavalt 0,133 nm ja 0,095 nm [4]; nende ioonide ruumalad on vastavalt $9,85 \cdot 10^{-3} \text{ nm}^3$ ja $3,59 \cdot 10^{-3} \text{ nm}^3$. Na^+ ioonide koguruumala saab arvutada üksiku iooni ruumalast ja nende koguarvust: $V_{Na} = 1,025 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3$. Kui kõik Na^+ ioonid asendada K^+ ionidega, siis saab sarnaselt arvutada K^+ ruumala $V_K = 2,81 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3$. Na^+ ioonide asendamisel K^+ ionidega toimub klaasi ruumala muutus:

$$\Delta V = V_K - V_{Na}. \quad (17)$$

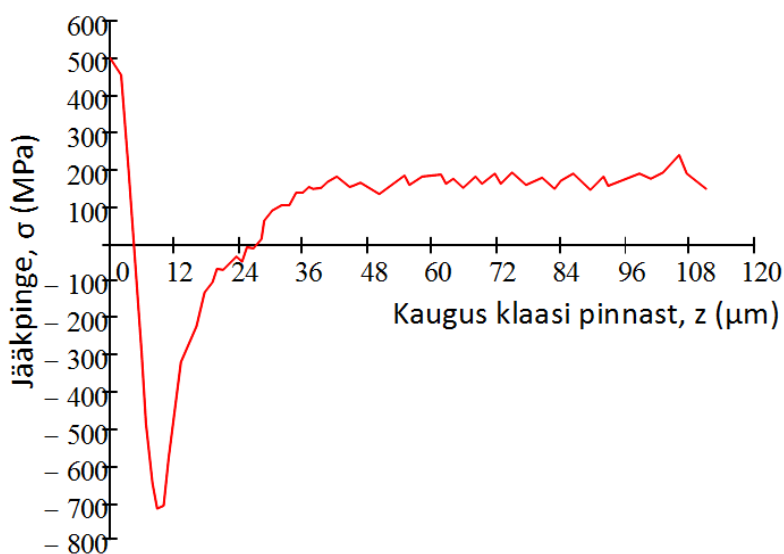
Algse klaasi ruumala saab arvutada massi ja tiheduse järgi:

$$V_0 = \frac{m}{\rho} = 4,01 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3. \quad (18)$$

Mõõdetud K^+ ioonide kontsentratsioonist arvutatud K_2O massiprotsent on 20,8wt%. Seega avaldub paisumiskoeffitsient:

$$B = \frac{\Delta V}{3V_0} \frac{1}{C} = 7,14 \cdot 10^{-4} \text{ wt}\%, \quad (19)$$

See arvutus on tehtud eeldades, et klaasi ruumala muutus on tingitud ainult Na^+ ja K^+ ioonide raadiuste erinevusest. Reaalses materjalis täidavad K^+ ioonid rohkem vaba ruumi klaasi võres



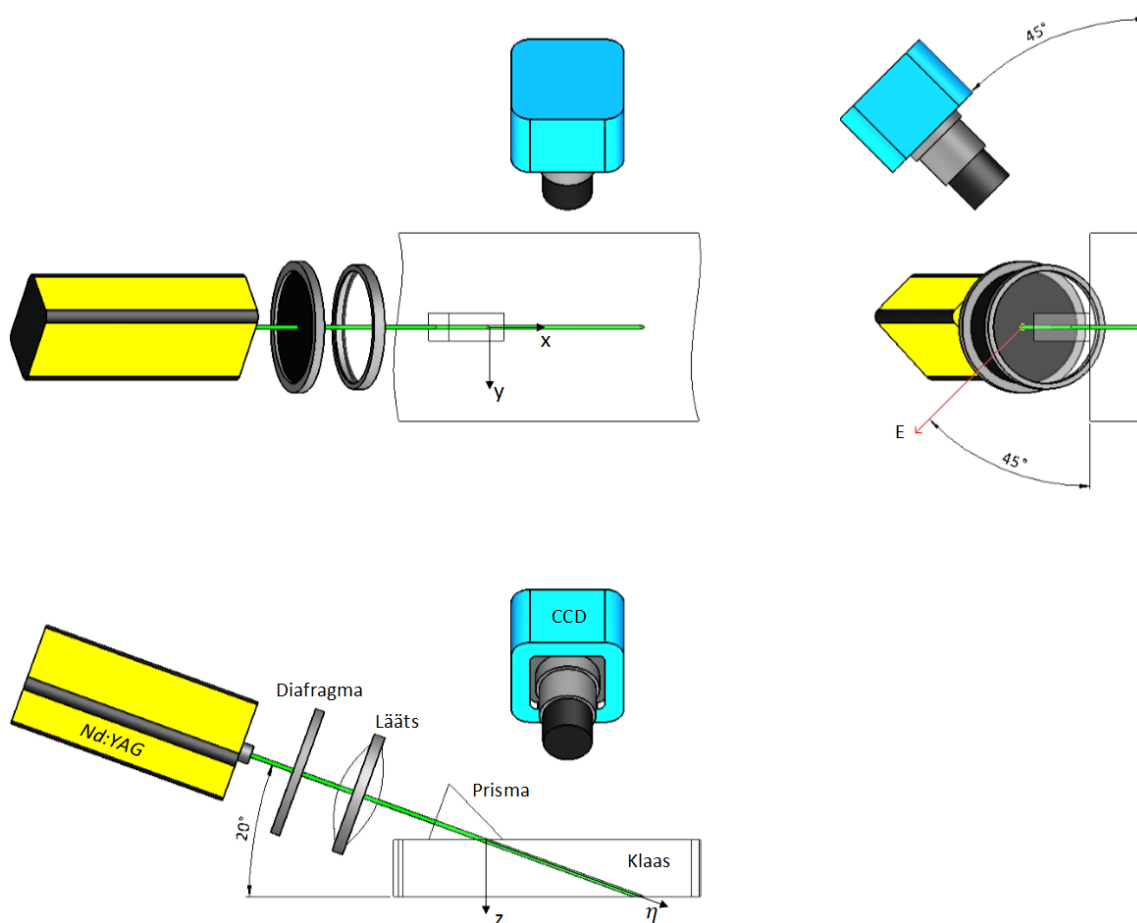
kui Na^+ ioonid, mille tõttu klaasi ruumala muutus on väiksem. Sammuti eeldatakse, et Youngi moodul ja Poissoni suhe on karastamisprotsessi jooksul konstantsed. Kasutades valemit (15) saadi tulemuseks joonisel 14 kujutatud pingete profiil.

Joonis 14. Ioonide kontsentratsiooni jaotusest arvutatud jääkpingete jaotus.

Jooniselt 13 (a) on näha, et K^+ ionide kontsentratsioon pinnakihis on väiksem, kui klaasi keskosas (kaugemal kui $40\ \mu\text{m}$). Samas on Na^+ ionide kontsentratsioon sama, mis keskosas. K^+ ionide puudumine pinnakihis paksusega $2\text{--}5\ \mu\text{m}$ tekitab sinna tõmbepinged.

3.3 Jääkpingete jaotuse $\sigma(z)$ mõõtmine termiliselt karastatud klaasplaatides

Termiliselt karastatud klaasplaadi jääkpingete mõõtmiseks konstrueeriti katseskeem, mis on illustreeritud joonisel 14.



Joonis 14. Metoodika pingete mõõtmiseks termiliselt karastatud klaasplaadis. Laser oli Nd:YAG lainepikkusega $532\ \text{nm}$. Diafragma ava oli ligikaudu $1\ \text{mm}$. Lääts fookuskaugus oli $70\ \text{mm}$. Prisma ja klaasi vahel kasutati immersioonõli.

Suunates laserikiire pinnanormaaliga nurga α all (joonisel 14 näidatud nurk klaasi pinna ja valguse pealelangemissihi vahel) läbi karastatud klaasplaadi, siis on jälgitav hajunud valguse jaotus. Hajunud valguse intensiivsust kirjeldava analüütilise valemi tuletamiseks lähtuti paraboolsest jääkpingete jaotusest läbi klaasi klaasplaadi paksuse, mida kirjeldab valem (1) ja hajunud valguse intensiivsuse valmitest (5) ja (6).

Optilise käiguvahe δ ja faasivahe Φ vaheline seos avaldub:

$$\Phi(z) = \frac{2\pi}{\lambda} \delta(z) \quad (20)$$

Hajunud valguse intensiivsuse jaotus piki laserikiire kulgemise teepikkust klaasplaadis avaldub, kui pealelangeva lineaarselt polariseerud valguse polarisatsioonisiht on vaatlussihiga paralleelne.:

$$I_s(z) = I_0 \sin^2 \left(\frac{\Phi(z)}{2} \right), \quad (21)$$

või vaatlussihiga risti:
$$I_s(z) = I_0 \cos^2 \left(\frac{\Phi(z)}{2} \right). \quad (22)$$

Seega kui on teada faasivahe jaotus tavalise ja ebatavalise kiire vahel läbi klaasplaadi paksuse, siis on võimalik sellest arvutada hajunud valguse intensiivsuse jaotus. Leidmaks seost hajunud valguse intensiivsuse $I_s(z)$ ja jääkpingete jaotuse $\sigma(\eta)$ vahel kasutati artiklis [8] toodud seost tavalise ja ebatavalise kiire faasivahe jaotuse vahel sihis η :

$$\Phi(\eta) = C \frac{2\pi}{\lambda} \int_0^\eta \sigma(\eta) \cos^2(\alpha) d\eta \quad (23)$$

Faasivahe $\Phi(\eta)$ jaotuse η sihis saab ümber kirjutada faasivahe jaotuseks z -sihis $\Phi(z)$ arvestades, et $\Phi(z)$ on $\Phi(\eta)$ projektsioon z teljele:

$$\Phi(z) = C \frac{2\pi}{\lambda \cos(\alpha)} \int_0^z \sigma(z) \cos^2(\alpha) dz \quad (24)$$

Optilise käiguvahe jaotus läbi plaadi paksuse avaldub:

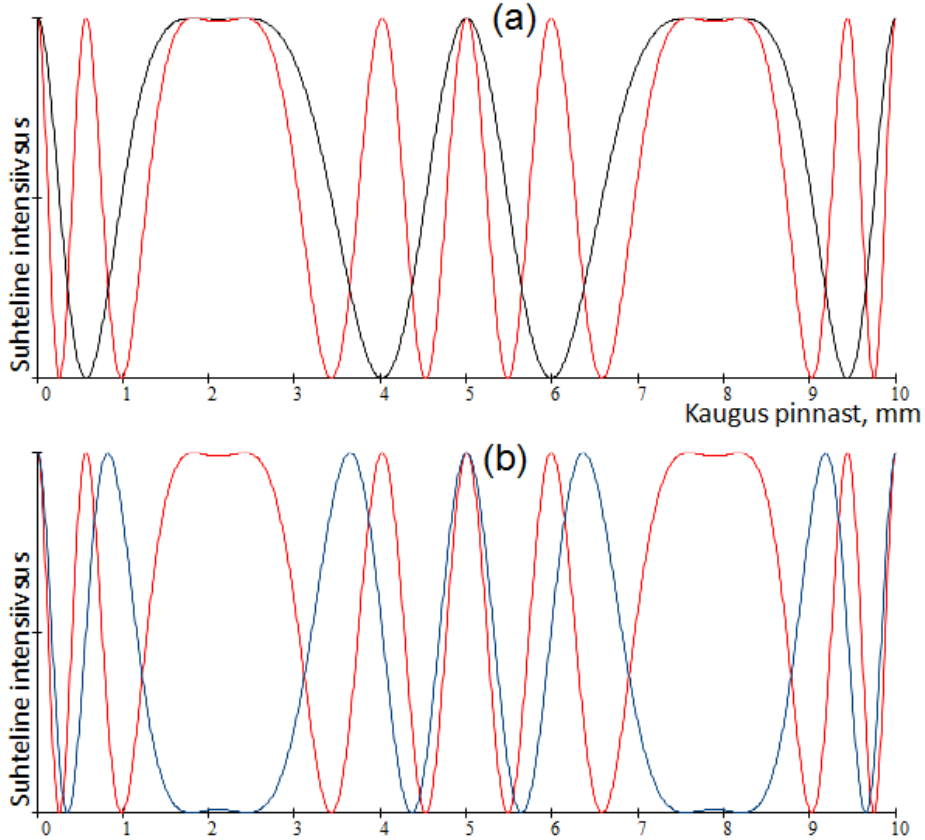
$$\delta(z) = \frac{C}{\cos(\alpha)} \int_0^z \sigma(z) \cos^2(\alpha) dz \quad (25)$$

Asendades valemisse (21) ja (22) faasivahe valemi (24) saame analüütilise valemi, mis kirjeldab hajunud valguse intensiivsuse jaotuse sõltuvust pingejaotusest:

$$I_s(z) = I_0 \sin^2 \left(C \frac{\pi}{\lambda \cos(\alpha)} \int_0^z \sigma(z) \cos^2(\alpha) dz \right) \quad (26)$$

$$I_s(z) = I_0 \cos^2 \left(C \frac{\pi}{\lambda \cos(\alpha)} \int_0^z \sigma(z) \cos^2(\alpha) dz \right) \quad (27)$$

Seega tuleb katseandmetega lähendamiseks kasutada kas valemit (26) või (27) vastavalt sellele kas pealelangev lineaarselt polariseeritud valgus on vaatesihiga paralleelne või risti.

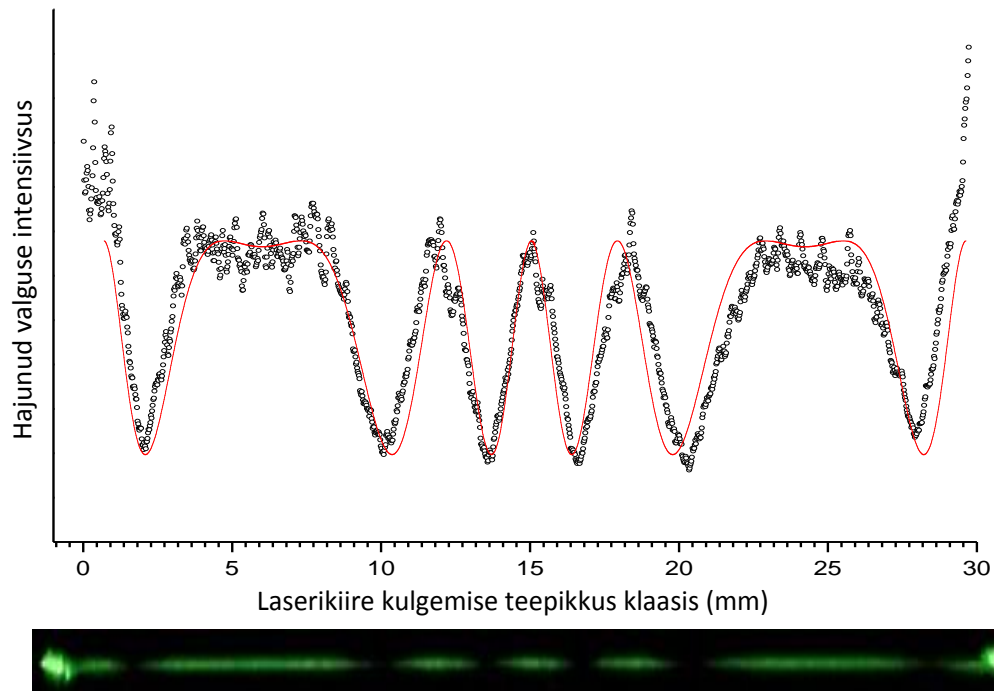


Joonis 15. (a) Hajunud valguse jaotus $I_s(z)$ erinevate klaaside jaoks erinevate pinnapingetega: 80MPa(—), ja 160 MPa (—), mõlemal juhul pealelangeva valgus nurk $\alpha = 70^\circ$. (b) Hajunud valguse intensiivsuse $I_s(z)$ jaotus pinnapinge 160 MPa valguse pealelangemisnurkade $\alpha_1 = 70^\circ$ (—) ja $\alpha_2 = 65^\circ$ (—) korral.

Jooniselt 15 (a) on näha hajunud valguse intensiivsuse jaotus arvutatud valemi (27) abil kahe erineva karastusega klaasplaadi jaoks. Joonisel 15 (b) on näha hajunud valguse intensiivsuse jaotuse muutus, kui muuta pealelangeva valguse nurka.

3.4 Katseandmetest jääkpinge profiili arvutamine

Laserikiir suunati nurga α all pinnanormaliga klaasplaati ja pildistati hajunud valguse intensiivsuse jaotus piki laserikiire kulgemise teepikkust. Hajunud valguse intensiivsuse katsepunktid saadi pildi töötlemisel programmiga MicroVision Impact-Go!



Joonis 16. Hajunud valguse intensiivsuse ruumiline jaotus läbi karastatud klaasplaadi.

Katsepunktid on lähendatud analüütiliselt

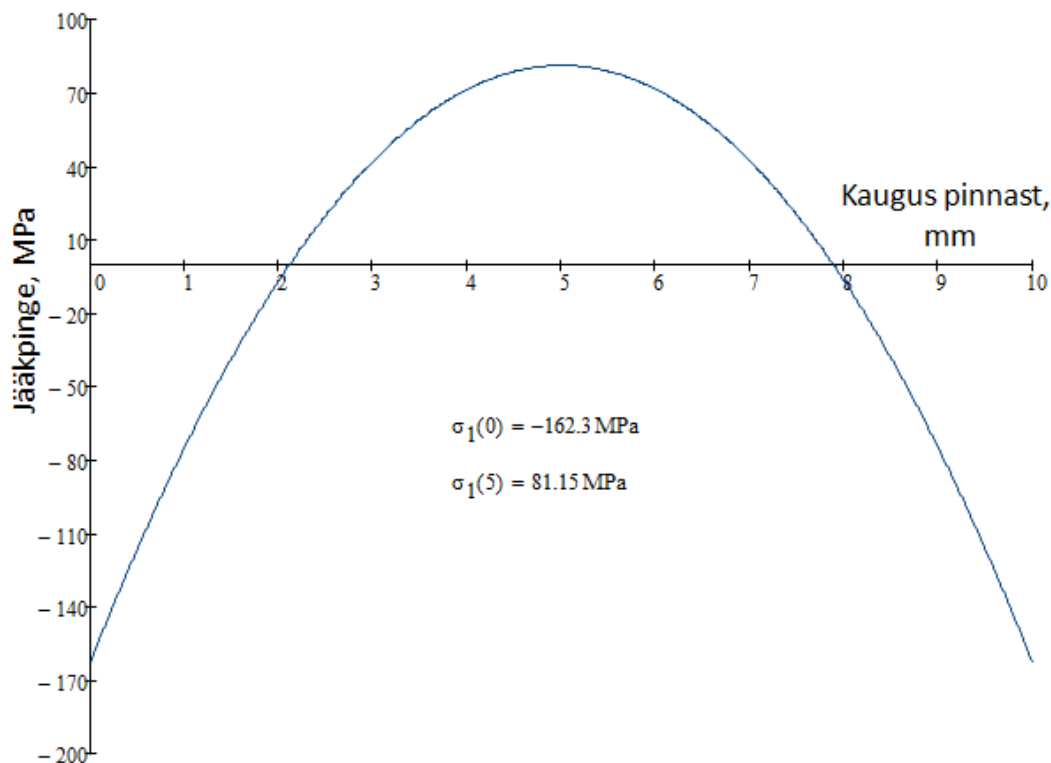
$$\text{valemiga } I_s(\eta) = I_0 \cos^2 \left(C \frac{\pi}{\lambda} \int_0^\eta \sigma_s h^{-m} \frac{m+1}{m} \left[\left| (h-z)^m \right| - \frac{h^m}{m+1} \right] \cos^2(\alpha) d\eta \right).$$

Lähendamisandmetest saadi pinnapingeks $\sigma_s = 162,3 \text{ MPa}$.

Joonisel 16 on toodud katseandmetega lähendatud analüütilise hajunud valguse jaotus piki laserikiire kulgemise sihti. Lähendamisel kasutatud analüütilise hajunud valguse jaotuse valemis on ainult üks muutuja σ_s , mis määrab ära kogu jääkpingete jaotuse läbi klaasi paksuse.

Metoodika abil saab arvutada jääkpingete jaotuse läbi karastatud klaasi paksuse (joonis 17) kasutades selleks ainult ühte pilti (joonis 16). Analüütiline valem on otseses seoses pingejaotusega $\sigma(z)$. Tuletatud analüütilise valemi lähendamisel hajunud valguse

intensiivsuse jaotusega saab leida pingejaotuse profiili. Laserivalguse läbimisel klaasplaati tekib sisenemispunktis suure intensiivsusega hajunud valguse täpp. See võimaldab täpselt määrata sisenemis- ja väljumispunkti, kuid takistab täpseid mõõtmisi kohe pinna lähedal. Kasutades immersioonvedelikuna piiritust või immersioonõli on võimalik minimiseerida sisenemis- ja väljumispunktis tekkiva intensiivse täpi mõju mõõtmiste täpsusele.



Joonis 17. Jääkpingete jaotus karastatud klaasplaadis arvutatuna joonisel 16 kujutatud hajunud valguse intensiivsuse jaotusest.

Saadud tulemus on kooskõlas TTÜ fotolelastuse laboris mõõdetu jääkpingete jaotusega samal tehnoloogial saadud termiliselt karastatud klaasplaadiga.

3.5 Pöördülesande lahendamine: integraalse fotoelastsuse ribade jaotusest pingejaotuse leidmine

Tuletati seos, mis ühendaks pinge jaotuse $\sigma(z)$ ja läbiva valguse intensiivsuse jaotuse $I(z, x)$.

Jääkpingete jaotuse $\sigma(z)$ läbi karastatud klaasplaadi paksuse ja hajunud valguse ruumilise

$$\text{perioodi jaotuse } d(z) \text{ vahel kehtib seos: } \sigma(z) = \frac{\lambda}{C \cdot d(z)} \quad (28)$$

Kui valguskiir skaneerida läbi karastatud klaasi paksuse nii, et kiir jääb kogu aeg pinnaga paralleelseks, siis on vaadeldav hajunud valguse ruumiline jaotus perioodiga:

$$d(z) = \frac{\lambda}{C \cdot \sigma(z)} \quad (29)$$

Hajunud valguse intensiivsuse jaotus läbi klaasplaadi, kui vaatesiht on pealelangeva lineaarselt polariseeritud valguse sihiga paralleelne

$$I_s(z, x) = I_0 \sin^2 \left(\frac{\pi}{d(z)} x \right), \quad (30)$$

$$\text{või risti: } I_s(z, x) = I_0 \cos^2 \left(\frac{\pi}{d(z)} x \right), \quad (31)$$

kus x on teepikkus, mille valgus läbib karastatud klaasis.

Joonisel (17) on valemi (31) abil numbriliselt arvutatud hajunud valguse intensiivsuse jaotus.

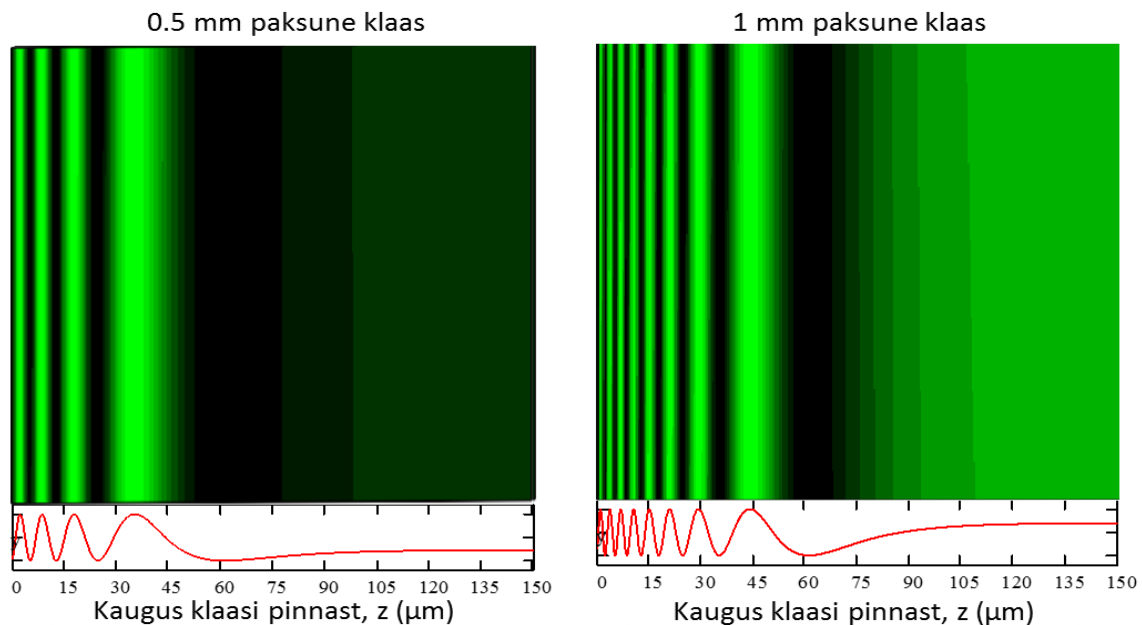
Kui polarisaator ja analüsaator on risti siis läbiva valguse intensiivsuse jaotus avaldub:

$$I(z, x) = I_0 \sin^2 \left(\frac{C\pi\sigma(z)}{\lambda} x \right) \quad (32)$$

Kui polarisaator ja analüsaator on paralleelsed, siis:

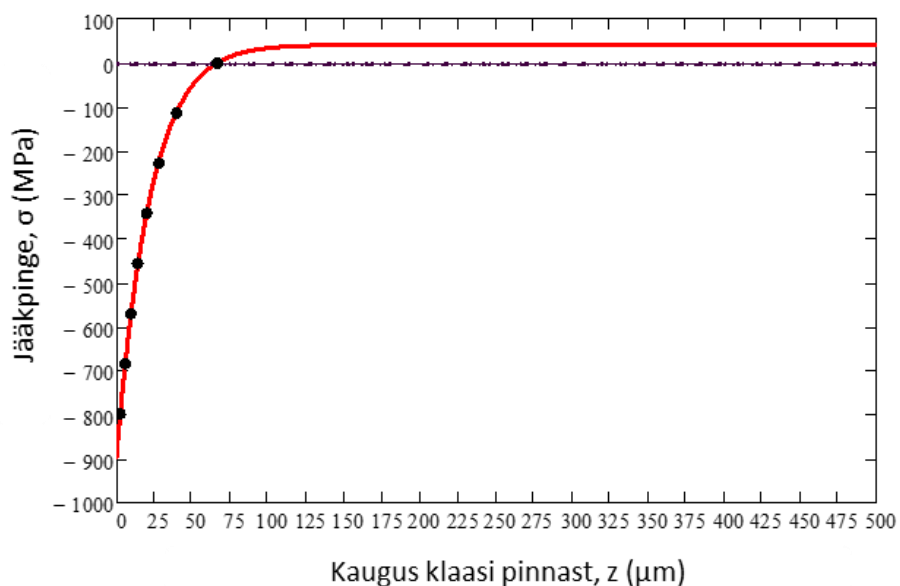
$$I(z, x) = I_0 \cos^2 \left(\frac{C\pi\sigma(z)}{\lambda} x \right) \quad (33)$$

Seega kui klaasist on välja lõigatud klaasitükk paksusega x , siis integraalse fotoelastsuse ribade jaotus $I(z, x)$ on otseselt seotud pingajaotusega $\sigma(z)$



Joonis 19. Arvutatud integraalse fotoelastsuse ribade jaotus valemi (33) järgi. Kui klaasplaadist lõigata 0,5 või 1 mm paksune riba ja seda integraalse fotoelastsuse meetodil läbi valgustada, siis on jälgitavad interferentsi ribade jaotus läbi klaasi paksuse. Saadud graafikud vastavad klaasile pinnapingega 900MPa.

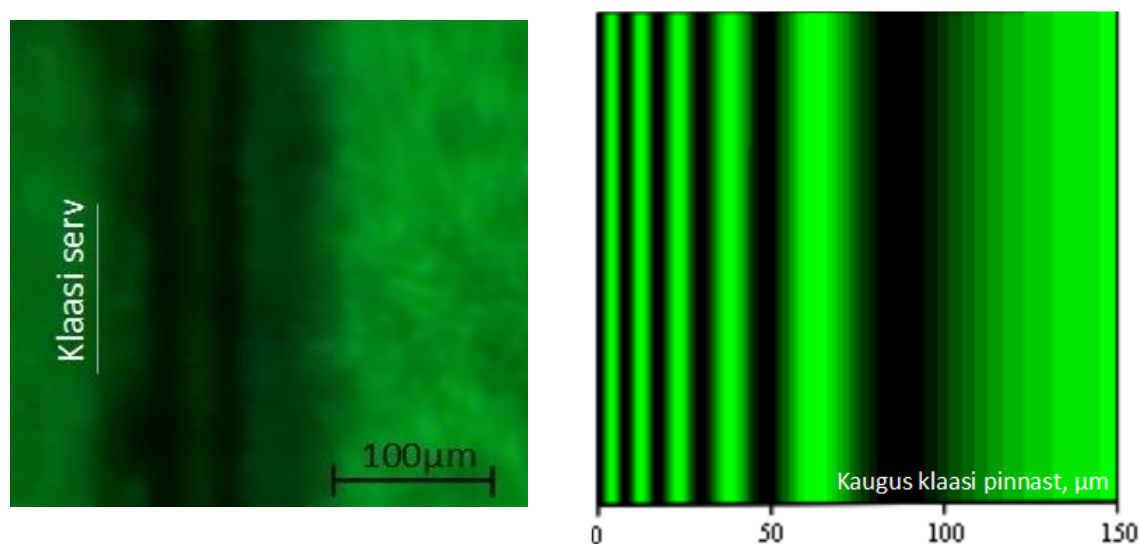
Saadud tulemus on teoreetiline arvutus ribade integraalse fotoelastsuse ribade jaotuse kohta. Graafik 19 viitab integraalse fotoelastsuse meetodika puudustele, kui tuleb mõõta suure paksusega objekte. Valguskiir hakkab painduma suurema murdumisnäitajaga keskkonna suunas, mis on antud meetodika juures segav faktor. Kiire paindumise efektid suurenevad pinnale lähenedes.



Joonis 19. Jääkpingete jaotus keemiliselt karastatud klaasi pinnakihis. Pinnasurvepinge on $\sigma_s = 900\text{MPa}$.

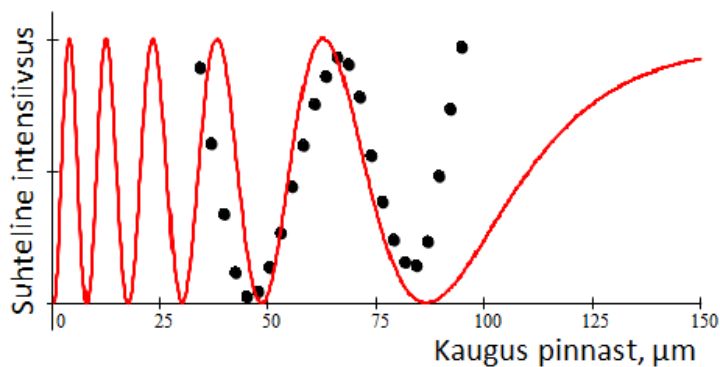
3.6 Keemilise karastuse pingete mõõtmine polarisatsioonmikroskoobiga

Mõõtmised teostati polarisatsioonmikroskoobiga Nikon Eclipse 50i POL (kaamera DS-Fi1). Katseobjektiks oli joonisel 11. kujutatud klaasist risttahukas. Kasutati klaasist küvette ja immersioonõli Cargille. Immersioonõlide komplektis oli kolm erineva murdumisnäitajaga õli, murdumisnäitajatega 1,4580; 1,5190 ja 1,5800. Nende omavahelisel segamisel saadi katseobjektiga ühtiv murdumisnäitaja. Õlisid segati kuni katseobjekt muutus peaaegu nähtamatuks. Kuna keemiliselt karastatud klaasi pinnakihi murdumisnäitaja on suurem kui keskosa murdumisnäitaja, siis polnud võimalik saavutada kogu katseobjekti nähtamatuks muutumist. Mõõtmised tehti paralleelsete polarisaatorite vahel. Monokromaatselt valguse saamiseks kasutati interferentsfiltrit läbilaskemaksimumiga 550 nm juures.



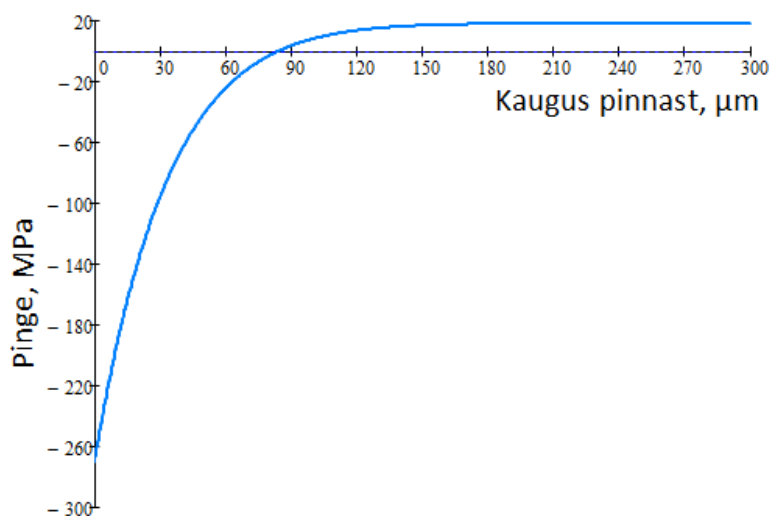
Joonis 21. (a) Polarisatsioonmikroskoobiga mõõdetud ribade jaotus; (b) numbriliselt arvutatud interferentsiribade jaotus.

Katsepildilt joonisel 21 (a) on näha kaks kõige paremini eralduvat interferentsiiniimumi. Mudeli järgi arvutatud interferentsiribade jaotuse pildil joonisel 21(b) on näha rohkem interferentsiiniimume, mida katseliselt mõõdetud joonisel näha pole. Katsepildil pole näha kõige pindmisi ribasid suure murdumisnäitaja gradiendi tõttu. Optilise keskkonna muutumise tõttu, kus murdumisnäitaja suureneb pinna poole liikudes paindub valgus pinna poole ja ei läbi objekti sirgjooneliselt ning pinnakihi lähedal pole võimalik interferentsijaotust näha.



Saadud interferentsiivõnnete ristlõike katsepunktid (mustad täpid) kujutati joonisel 22. koos lähendusfunktsiooniga (punane pidev joon). Mudeli poolt arvatud lähendusfunktsioon on heas lähenduses katsetulemustega.

Joonis 22. Katsepunktid ja lähendusfunktsioon.



Lähendusfunktsioonist arvutati pingete profiil. Saadud pingete profiil on kooskõlas kirjanduses käsitletud samadel tingimustel karastatud klaaside kohta tehtud mõõtmistega.

Paraku on äsja vaadeldud meetod enamasti destruktiivne ja nõuab klaasi lihvimist väga hea pinnasileduseni, mistõttu

Joonis 23. Jääpingete jaotus joonisel 11 kujutatud klaasis

pole selle meetodi tööstuse kasutusele võtmine otstarbekas. Mitmeid erinevaid mooduseid klaasi kuju vormimiseks prooviti lihvimise ja lõikamise teel. Mitmed üritused saada õhukest klaasi lehte ebaõnnestusid, mille järel lihviti valmis mitu kiilukujulist klaasitükki, kuid mõõdetavaid mõõtmistulemusi kiilukujulisest klaasitükist ei saanud. Põhjus, miks interferentsiivõnnete näha polnud võis seisneda klaasi pingete lokaalses relaxseerumises lihvimispinna ümbruses, või ka ebapiisavas pinnasileduses. Laboratoorsetes oludes on sellegi poolest võimalik pinged leida ja saada teada ka pingete jaotus klaasis.

Kokkuvõte

Töös uuriti erinevaid võimalusi, kuidas fotoelastsusemeetoditega saab klaasis pinged mõõta. Erinevatest klaasitüüpidest objekte mõõdeti fotoelastsusmeetoditega. Mitmed objektid tuli ise valmistada, sealjuures karastada ja lihvida. Corning® Gorilla Glass™ alumiinoslikaatklaasis viidi läbi mikroanalüüsimõõtmised ionkontsentratsiooni määramiseks. Saadud ionide jaotus lubas viia läbi pingete arvutuse, mis arvestab ionide olemust ja klaasi sorti.

Fotoelastsusmeetodite katsetamisele eelnes teooria analüüs ja hajunud valguse intensiivsuse jaotust kirjeldava algoritmi tuletamine. Tuletatud algoritm andis võimaluse koostada arvutusmudeli, mille põhjal ennustada klaaside pingeid erinevates klaasides. Saadud mudeli alusel leiti uus tehniline võimalus, kuidas termiliselt karastatud klaasplaadis pingeid mõõta mittedestruktiivselt ja ilma kompensatoriteta ja lihtsustatud katse apaatuuriga võrreldes olemasolevate meetoditega.[8] Katsetulemused kinnitasid saadud mudeli poolt ennustatud tulemust.

Integraalse fotoelastsusmeetodiga mõõdeti pinged keemiliselt karastatud klaasis. Saadud hajunud fotoelastsuse arvutusmudelit rakendati keemiliselt karastatud klaasi integraalse fotoelastsuse interferentspildile. Mudeli ennustus langes heades piirides katsetulemustega kokku.

Kasutatud kirjandus

1. H. Aben, C. Guillemet, *Photoelasticity of glass*, Berlin, Springer, 1993.
2. S. Karlsson, *Modification of Float Glass Surfaces by Ion Exchange*, Doctoral thesis, Linnaeus University, 2012
<http://lnu.diva-portal.org/smash/record.jsf?pid=diva2:525482>
3. R. Gy, „Ion Exchange for glass strenghtening,“ Saint-Gobain Recherche, F-93303 Aubervilliers, France 2007
4. J. Shen, D. Green, „Prediction of stress profiles in ion exchanged glasses,“ *Journal of Non-Crystalline Solids* **344** (2004) 79–87
5. R.Weller, J. K. Bussey: Photoelastic analysis of three-dimensional stress systems using scattered light, National Advisory Committee for Aeronautics, Washington, 1939.
6. I. Hundhammer, A. Lenhart , D. Pontasch, R. Weissmann: Stress measurement in transparent materials using scattered laser light, *Glass Sci. Technol.* **75** No. 5, 2002
7. S. Bateson, J.W. Hunt, D. A. Dalby: Stress measurement in tempered glass plates by scattered light method with a laser source, *Ceram. Bull.* **45**, 1966.
8. J.Anton, H. Aben, A compact scattered light polariscope for residual stress measurement in glass plates, Glass Processing Days : Conference Proceedings, Tampere, Finland, 2003
9. Corning Gorilla Glass Datasheet,
http://www.corninggorillaglass.com/sites/all/files/Gorilla%20Glass%203_2320_PI%20Sheet%20RevE_050613.pdf
10. P.W.Atkins, J.Paula, *Atkins' Physical Chemistry 9nth Ed*, Oxford, 2009, ISBN 1-4292-3127-0, ISBN 1-4292-3126-2

Summary

Development of residual stress measuring methods for tempered glasses

Various photoelastic methods for measuring stress profiles were investigated in this work. Selection of tempered glass samples of different composition and tempering techniques were measured using photoelastic methods. Many glass samples were tempered and grinded. Electron probe microanalysis was carried out in order to determine ion concentration profile in Corning® Gorilla Glass™. Stress profile was then calculated from ion concentration profile.

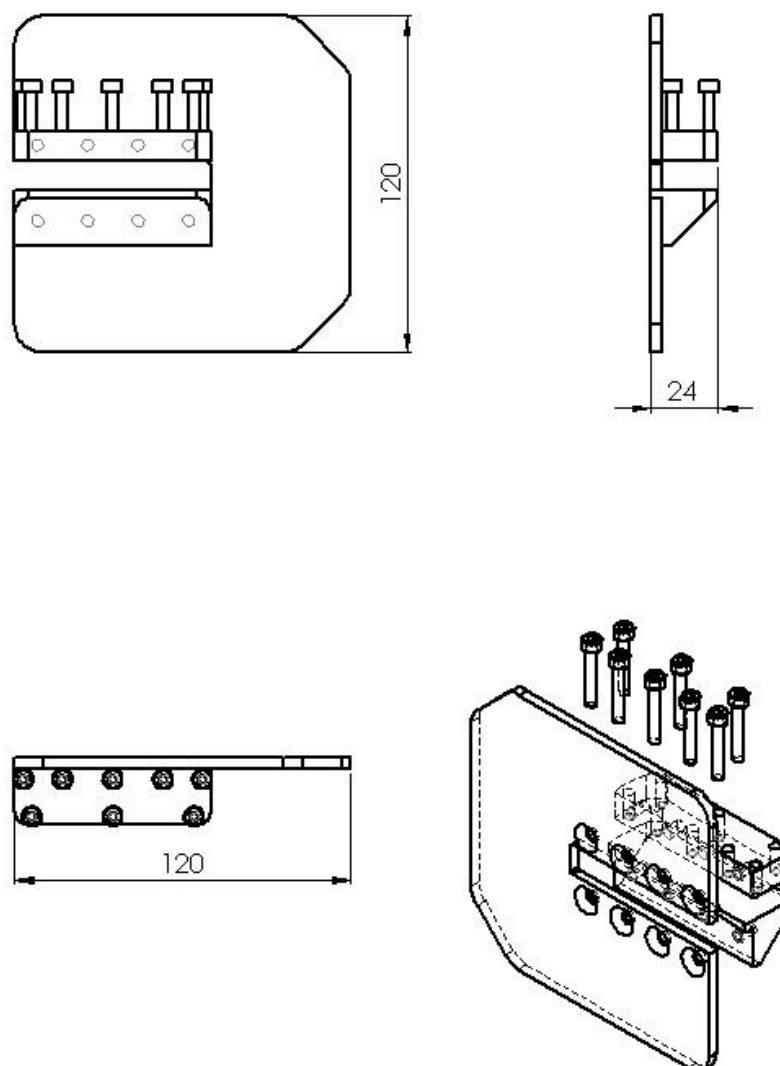
Prior to measurements with photoelastic techniques an in depth analysis of scattered light photoelasticity was carried out, which led to development of a new three dimensional algorithm for expressing scattered light intensity in glass plate. The newly developed algorithm was then applied to specific parameters of glass measurement conditions, which resulted in whole new model for calculating stress profiles in tempered glasses. Measurements to validate the model were then carried out. Measurement results confirmed calculations performed by aforementioned model.

Further generalization of the calculation model for stress analysis in different types of tempered glass was performed.

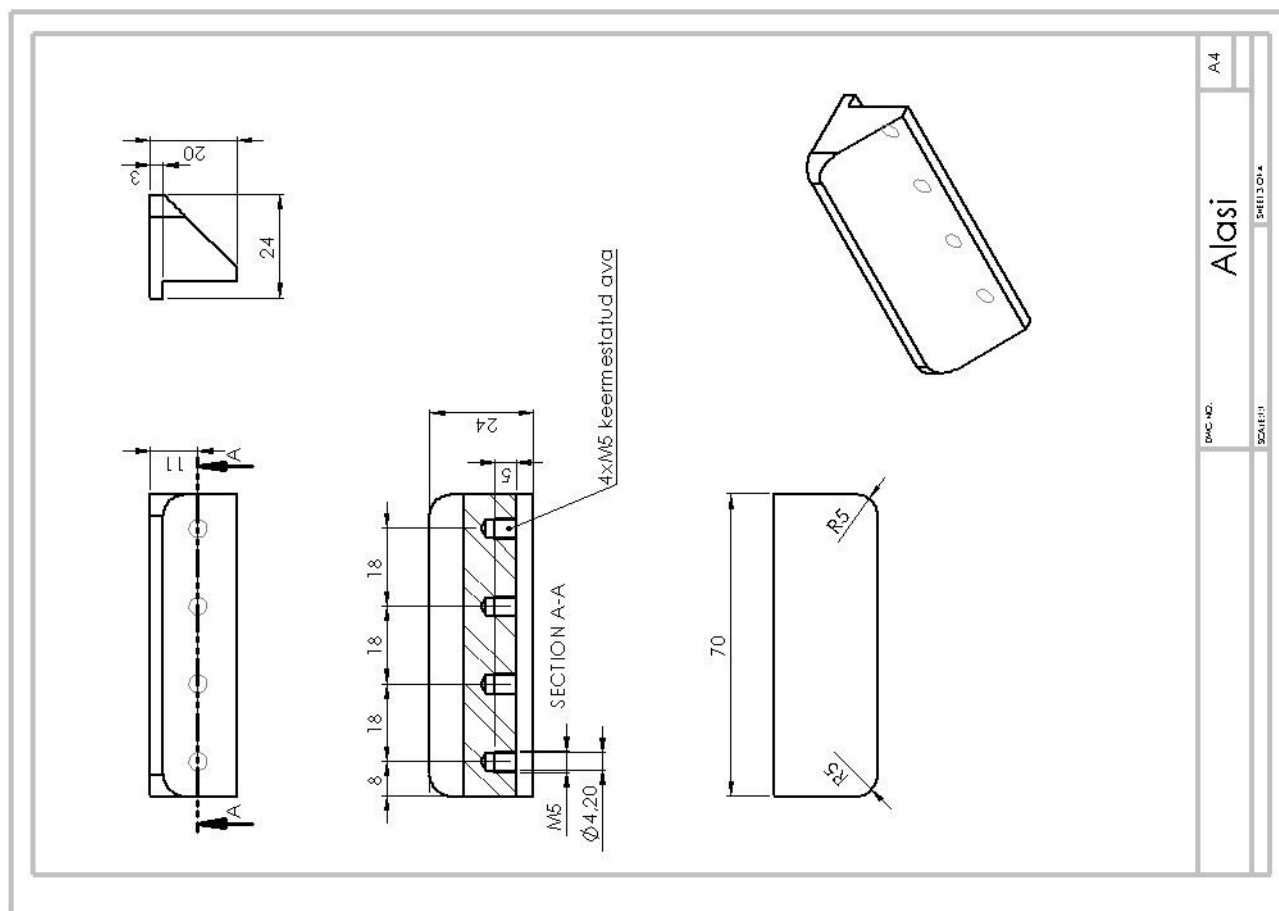
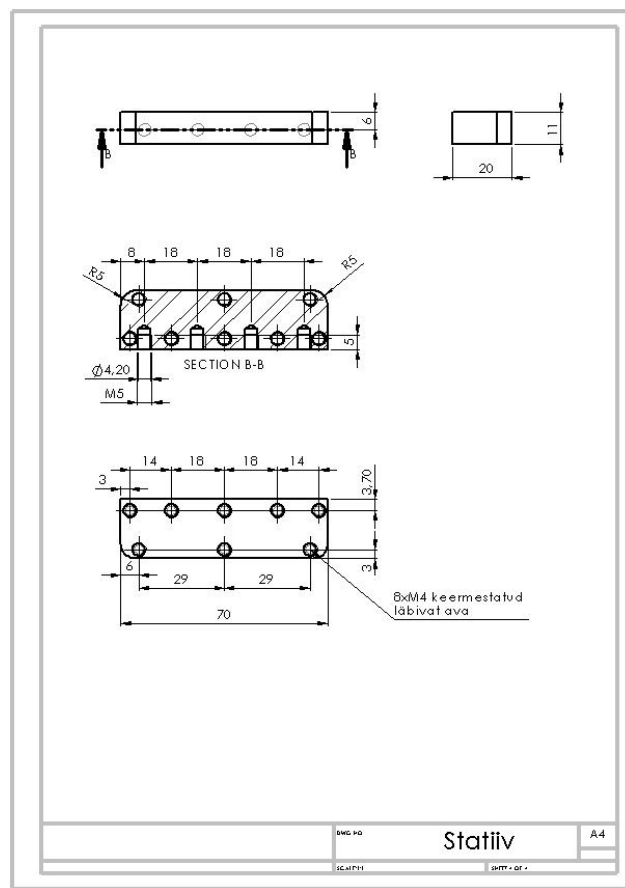
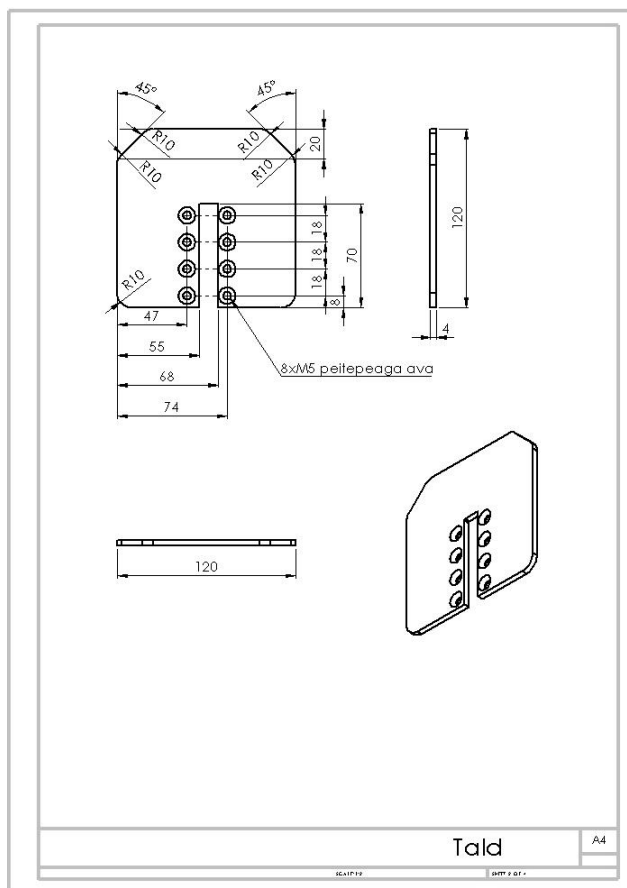
Possibilities of implementing the newly derived stress analysis model were investigated in integral photoelastic methods. Measurement of chemically tempered glass sample was required in order to validate compatibility of the model. Measurements with polar microscope were then performed in order to achieve experimental data of fringe patterns. Analytical equation was then fitted through received data points.

Lisa

Klaasi lihvtald, koostejoonis.



Koostanud:	Priidik Mõis	MATERIAAL:	DWG. NO.	Klaasi lihvtald	A4
Tellijä:	Koif /Mauring				
		WEGE:	SCALE: 1:2	SHEET 1 OF 1	



Tänuavaldused

Soovin tänada mikroanalüüsi labori meeskonda ja prof Väino Sammelselga mikroanalüüsi mõõtmiste läbiviimiste eest. Sammuti vanemteadur Koit Muringut eksperimentaalsete võimaluste eest. Sammuti soovin tänada Arne Maarosi klaasobjektide keemilise karastamise eest. Veel soovin tänada vanemteadur Johan Antonit katseobjektide ja konsultatsiooni eest.

Litsents

Lihtlitsents lõputöö reprodutseerimiseks ja lõputöö üldsusele kättesaadavaks tegemiseks

Mina Priidik Möls

sünnikuupäev: 02.10.1987

1. annan Tartu Ülikoolile tasuta loa (lihtlitsentsi) enda loodud teose

Jääkpingete mõõtmise metoodika arendamine karastatud klaaside jaoks

mille juhendaja on Siim Hödemann,

1.1. reprodutseerimiseks säilitamise ja üldsusele kättesaadavaks tegemise eesmärgil, sealhulgas digitaalarhiivi DSpace-is lisamise eesmärgil kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni;

1.2. üldsusele kättesaadavaks tegemiseks Tartu Ülikooli veebikeskkonna kaudu, sealhulgas digitaalarhiivi DSpace'i kaudu kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni.

2. olen teadlik, et punktis 1 nimetatud õigused jäävad alles ka autorile.

3. kinnitan, et lihtlitsentsi andmisega ei rikuta teiste isikute intellektuaalomandi ega isikuandmete kaitse seadusest tulenevaid õigusi.

Tartus/Tallinnas/Narvas/Pärnus/Viljandis, 30.05.2013